

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開昭61-291461

(43) 公開日 昭和61年(1986)12月22日

(51) Int. Cl.⁵

C 0 4 B 35/56

識別記号

1 0 1

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 4 B 35/56 1 0 1

審査請求 未請求

(全3頁)

(21) 出願番号 特願昭60-132545

(22) 出願日 昭和60年(1985)6月18日

(71) 出願人 000000320

トヨタ自動車株式会社
愛知県豊田市トヨタ町1番地

(72) 発明者 荒川 健二

豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式
会社内

(54) 【発明の名称】 炭化珪素焼結体の焼成方法

(57) 【要約】 本公報は電子出願前の出願データであるため要約のデータは記録されません。

【特許請求の範囲】

1、焼結助剤としての珪素と炭素とを添加した炭化珪素の均一混合粉末を、圧粉成形して炭化珪素の圧粉成形体を形成させる工程と、この炭化珪素の圧粉成形体と、金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム蒸気発生源とを、非酸化性雰囲気とした炉内に装入し非接触状態をなして配置させる工程と、1800～2200℃の温度範囲にて加熱焼成させる工程とからなることを特徴とする炭化珪素焼結体の焼成方法。

【発明の詳細な説明】

〔産業上の利用分野〕

本発明は炭化珪素焼結体の焼成方法に関し、詳しくは、自動車用エンジンの耐熱部品等に使用されるセラミック部材、とりわけ、1300℃以上の高温で使用される車両用ガスタービンエンジンにおけるダクト、スクロール、ノズル、タービン等の、耐熱特性の特に必要とされる耐熱部材に好適に通用することのできる炭化珪素焼結体の焼成方法にかかる。

〔従来の技術〕

従来、ディーゼルエンジンにおいて特に高温となる部品（例えば、予燃焼室等）や、1300℃以上の高温で使用される車両用ガスタービンエンジンにおけるダクト、スクロール、ノズル、タービン等の、特に優れた耐熱特性が必要とされる耐熱部材に通用される焼結セラミック部材に対しては、炭化珪素焼結体が好適に通用されている。

ところで、このような炭化珪素焼結体の焼成に当たって、アルミニウムが珪素や炭素等と同様に炭化珪素に対する焼結助剤として有効であることは周知の事実である。そして、従来、炭化珪素焼結体の焼成時においてアルミニウムを焼結助剤として添加させる方法としては、金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム供給源粉末と炭化珪素粉末とを、水もしくは有機溶剤とともにボールミル等を用いて混合させた混合粉末を、圧粉成形した後に焼成させる炭化珪素焼結体の焼成方法が一般的に採用されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上述のような従来の技術の現状に鑑み、本発明が解決しようとする問題点は、従来の金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム供給源粉末と炭化珪素粉末とを、水もしくは有機溶剤とともにボールミル等を用いて混合させた混合粉末を、圧粉成形させた後に焼成させる炭化珪素焼結体の焼成方法においては、上述の方法により混合された混合粉末の凝集力が高いことから、圧粉成形体内に焼結助剤を均一に分散させることが困難であり、その結果として焼成された炭化珪素焼結体が不均質な組織を有する焼結体となって、焼成された炭化珪素焼結体の強度特性のバラツキが大きく、セラミック材料もしくはセラミック部材としての優れた信頼性を

確保することが難しいということである。

従って、本発明の技術的課題とするところは、炭化珪素の圧粉成形体の焼成時における炉内雰囲気、蒸発アルミニウムを含む雰囲気として加熱焼成させることによって、炭化珪素の圧粉成形体に均等に焼結助剤としてのアルミニウムを作用させて、均質かつ強度特性のバラツキを少な（し・もって、セラミック材料もしくはセラミック部材として優れた信頼性を有する炭化珪素焼結体の焼成を可能とすることにある。

10 〔問題点を解決するための手段〕

このような従来の技術における問題点に鑑み、本発明における従来の技術の問題点を解決するための手段は、焼結助剤としての珪素と炭素とを添加した炭化珪素の均一混合粉末を、圧粉成形して炭化珪素の圧粉成形体を形成させる工程と、この炭化珪素の圧粉成形体と、金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム蒸気発生源とを、非酸化性雰囲気とした炉内に装入し非接触状態をなして配置させる工程と、1800～2200℃の温度範囲にて加熱焼成させる工程とからなることを特徴とする炭化珪素焼結体の焼成方法からなっている。

20

〔作用〕

以下、本発明の作用について説明する。

本発明において、従来の技術の問題点を解決するための手段を上述のような構成とすることによって、炭化珪素の圧粉成形体の焼成時における炉内雰囲気、蒸発アルミニウムを含む雰囲気として加熱焼成させることとされていることから、炭化珪素の圧粉成形体に焼結助剤としてのアルミニウムを均等に作用させて、均質かつ強度特性のバラツキの少なくし、セラミック材料もしくはセラミック部材としての優れた信頼性を有する炭化珪素焼結体を焼成させることができるのである。

30

本発明法において焼成温度を1800～2200℃としているのは、1800℃未満の低温では焼成された炭化珪素焼結体の密度が低下し、2200℃を越える高温となると焼成された炭化珪素焼結体の粒子成長が著しく、強度特性を低下させるからである。

また、本発明法において炭化珪素の圧粉成形体とアルミニウム蒸気発生源とを非接触としているのは、両者を接触させると接触部で焼成され易いものに対して、接触していない部位においては焼成されにくくなり、その結果として炭化珪素焼結体の組織にムラを生成し易いからである。

40

なお、本発明法において酸化アルミニウム、硫化アルミニウム、弗化アルミニウム、窒化アルミニウム、アルミニウムアルコキンド等のアルミニウム蒸気発生源物質は、いずれも、炭化珪素の圧粉成形体の焼成のための焼結助剤として有効に作用するが、なかでも、酸化アルミニウムが最もその効果が顕著である。

50 〔実施例〕

以下、本発明の1実施例を説明する。

まず、 β 型炭化珪素粉末を100gと、非晶質珪素粉末を0.5gと、カーボンブラックを1gと、エタノール300ccとを45時間ボールミルにて混合させ、スラリー状となった混合粉末を60℃で乾燥した後、50～100 μ 程度の粒径を有する混合粉末の細粒に造粒した。

このようにして造粒された混合粉末の細粒を金型に装填して加圧し、4.5 mm X 5 龍 X 5 Q m mの形状に一次圧粉成形した。

その後、さらに3 ton / cm²の圧力の静水圧加圧により二次圧粉成形して炭化珪素の圧粉成形体を形成した。

ついで、この炭化珪素の圧粉成形体20本を、等方性黒鉛材からなる坩堝内に市販のAl₂O₃粉末の0.5gとともに炉内に装入した。

なお、この時にAl₂O₃粉末が炭化珪素の圧粉成形体と接触しないように配慮して炉内に配置させた。

そして、炉内雰囲気室温から1000℃までは104以下、の減圧雰囲気とし、また、1000℃以上ではアルゴンガス雰囲気として2100℃X30分間加熱して、炭化珪素の圧粉成形体を焼成させた。

上述のようにして焼成させた炭化珪素焼結体は、密度が3.08 g / cm³、平均強度が60 Kg / mm²、

ワイブル係数が1.5となった。

次に、上述の実施例の炭化珪素焼結体と比較するために、ボールミルによる混粉時に0.2gの金属アルミニウム粉末の添加以外は、上述の実施例と同様にして圧粉成形させた圧粉成形体を、炉内にAl₂O₃粉末を配置することなく上述の実施例と同様な条件で焼成させた。

上述のようにして焼成された炭化珪素焼結体の比較品においては、密度が3.05 g / cm³、平均強度が50 Kg / mm²、ワイブル係数が8と低く、焼成された炭化珪素焼結体としての均質性に劣っていることが理解される。

〔発明の効果〕

以上により明らかなように、本発明にかかる炭化珪素焼結体の焼成方法によれば、炭化珪素の圧粉成形体の焼成時における炉内雰囲気を蒸発アルミニウムを含む雰囲気として加熱焼成させることによって、炭化珪素の圧粉成形体に均等に焼結助剤としてのアルミニウムを作用させて、均質かつ強度特性のバラツキを少なくし、もって、セラミック材料もしくはセラミック部材として優れた信頼性を有する炭化珪素焼結体の焼成を可能とすることができる利点がある。

加えて、本発明の炭化珪素焼結体の焼成方法によれば、焼結助剤として実質的に作用させるアルミニウム量が少なくすむことから、焼成された炭化珪素焼結体の高温

特性並びに耐食性（耐酸化性）を向上させることができるばかりでなく、アルミニウム及びアルミニウム化合物の原料管理が容易となることから、炭化珪素焼結体の製造コストをも低減させることができる利点がある。

出願人 トヨタ自動車株式会社

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭61-291461

⑫ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)12月22日

C 04 B 35/56

1 0 1

7158-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 炭化珪素焼結体の焼成方法

⑮ 特 願 昭60-132545

⑯ 出 願 昭60(1985)6月18日

⑰ 発 明 者 荒 川 健 二 豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

⑱ 出 願 人 トヨタ自動車株式会社 豊田市トヨタ町1番地

明 細 書

1. 発明の名称

炭化珪素焼結体の焼成方法

2. 特許請求の範囲

1. 焼結助剤としての珪素と炭素とを添加した炭化珪素の均一混合粉末を、圧粉成形して炭化珪素の圧粉成形体を形成させる工程と、

この炭化珪素の圧粉成形体と、金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム蒸気発生源とを、非酸化性雰囲気とした炉内に装入し非接触状態をなして配置させる工程と、

1800～2200℃の温度範囲にて加熱焼成させる工程とからなることを特徴とする炭化珪素焼結体の焼成方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は炭化珪素焼結体の焼成方法に関し、詳しくは、自動車用エンジンの耐熱部品等に使用されるセラミック部材、とりわけ、1300℃以上の高温で使用される車両用ガスタービンエンジン

におけるダクト、スクロール、ノズル、タービン等の、耐熱特性の特に必要とされる耐熱部材に好適に適用することのできる炭化珪素焼結体の焼成方法にかかる。

〔従来の技術〕

従来、ディーゼルエンジンにおいて特に高温となる部品(例えば、予燃焼室等)や、1300℃以上の高温で使用される車両用ガスタービンエンジンにおけるダクト、スクロール、ノズル、タービン等の、特に優れた耐熱特性が必要とされる耐熱部材に適用される焼結セラミック部材に対しては、炭化珪素焼結体が好適に適用されている。

ところで、このような炭化珪素焼結体の焼成に当たって、アルミニウムが珪素や炭素等と同様に炭化珪素に対する焼結助剤として有効であることは周知の事実である。

そして、従来、炭化珪素焼結体の焼成時においてアルミニウムを焼結助剤として添加させる方法としては、金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム供給源粉末と炭化珪素

特開昭61-291461(2)

粉末とを、水もしくは有機溶剤とともにボールミル等を用いて混合させた混合粉末を、圧粉成形した後に焼成させる炭化珪素焼結体の焼成方法が一般的に採用されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上述のような従来の技術の現状に鑑み、本発明が解決しようとする問題点は、従来の金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム供給源粉末と炭化珪素粉末とを、水もしくは有機溶剤とともにボールミル等を用いて混合させた混合粉末を、圧粉成形させた後に焼成させる炭化珪素焼結体の焼成方法においては、上述の方法により混合された混合粉末の凝集力が高いことから、圧粉成形体内に焼結助剤を均一に分散させることが困難であり、その結果として焼成された炭化珪素焼結体が不均質な組織を有する焼結体となつて、焼成された炭化珪素焼結体の強度特性のバラツキが大きく、セラミック材料もしくはセラミック部材としての優れた信頼性を確保することが難しいということである。

従って、本発明の技術的課題とするところは、炭化珪素の圧粉成形体の焼成時における炉内雰囲気、蒸発アルミニウムを含む雰囲気として加熱焼成させることによって、炭化珪素の圧粉成形体に均等に焼結助剤としてのアルミニウムを作用させて、均質かつ強度特性のバラツキを少なくし、もって、セラミック材料もしくはセラミック部材として優れた信頼性を有する炭化珪素焼結体の焼成を可能とすることにある。

〔問題点を解決するための手段〕

このような従来の技術における問題点に鑑み、本発明における従来の技術の問題点を解決するための手段は、焼結助剤としての珪素と炭素とを添加した炭化珪素の均一混合粉末を、圧粉成形して炭化珪素の圧粉成形体を形成させる工程と、

この炭化珪素の圧粉成形体と、金属アルミニウムもしくはアルミニウム化合物等のアルミニウム蒸気発生源とを、非酸化性雰囲気とした炉内に装入し非接触状態をなして配置させる工程と、

1800～2200℃の温度範囲にて加熱焼成

させる工程とからなることを特徴とする炭化珪素焼結体の焼成方法からなっている。

〔作用〕

以下、本発明の作用について説明する。

本発明において、従来の技術の問題点を解決するための手段を上述のような構成とすることによって、炭化珪素の圧粉成形体の焼成時における炉内雰囲気を、蒸発アルミニウムを含む雰囲気として加熱焼成させることとしていることから、炭化珪素の圧粉成形体に焼結助剤としてのアルミニウムを均等に作用させて、均質かつ強度特性のバラツキの少なくし、セラミック材料もしくはセラミック部材としての優れた信頼性を有する炭化珪素焼結体を焼成させることができるのである。

本発明法において焼成温度を1800～2200℃としているのは、1800℃未満の低温では焼成された炭化珪素焼結体の密度が低下し、2200℃を超える高温となると焼成された炭化珪素焼結体の粒子成長が著しく、強度特性を低下させるからである。

また、本発明法において炭化珪素の圧粉成形体とアルミニウム蒸気発生源とを非接触としているのは、両者を接触させると接触部で焼成され易いのに対して、接触していない部位においては焼成されにくくなり、その結果として炭化珪素焼結体の組織にムラを生成し易いからである。

なお、本発明法において酸化アルミニウム、硫化アルミニウム、弗化アルミニウム、窒化アルミニウム、アルミニウムアルコキンド等のアルミニウム蒸気発生源物質は、いずれも、炭化珪素の圧粉成形体の焼成のための焼結助剤として有効に作用するが、なかでも、酸化アルミニウムが最もその効果が顕著である。

〔実施例〕

以下、本発明の1実施例を説明する。

まず、β型炭化珪素粉末を100gと、非晶質珪素粉末を0.5gと、カーボンブラックを1gと、エタノール300ccとを45時間ボールミルにて混合させ、スラリー状となった混合粉末を60℃で乾燥した後、50～100μ程度の粒径を有す

特開昭61-291461(3)

る混合粉末の細粒に造粒した。

このようにして造粒された混合粉末の細粒を金型に装填して加圧し、 $4.5\text{ mm} \times 5\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ の形状に一次圧粉成形した。

その後、さらに 3 ton/cm^2 の圧力の静水圧加圧により二次圧粉成形して炭化珪素の圧粉成形体を形成した。

ついで、この炭化珪素の圧粉成形体20本を、等方性黒鉛材からなる坩堝内に市販のAl₂O₃粉末の0.5gとともに炉内に装入した。

なお、この時にAl₂O₃粉末が炭化珪素の圧粉成形体と接触しないように配慮して炉内に配置させた。

そして、炉内雰囲気室温から1000℃までは10℃以下の減圧雰囲気とし、また、1000℃以上ではアルゴンガス雰囲気として2100℃×30分間加熱して、炭化珪素の圧粉成形体を焼成させた。

上述のようにして焼成させた炭化珪素焼結体は、密度が 3.08 g/cm^3 、平均強度が 50 Kg/mm^2 、

ワイブル係数が1.5となった。

次に、上述の実施例の炭化珪素焼結体と比較するために、ボールミルによる混粉時に0.2gの金属アルミニウム粉末の添加以外は、上述の実施例と同様にして圧粉成形させた圧粉成形体を、炉内にAl₂O₃粉末を配置することなく上述の実施例と同様な条件で焼成させた。

上述のようにして焼成された炭化珪素焼結体の比較品においては、密度が 3.05 g/cm^3 、平均強度が 50 Kg/mm^2 、ワイブル係数が8と低く、焼成された炭化珪素焼結体としての均質性に劣っていることが理解される。

(発明の効果)

以上により明らかなように、本発明にかかる炭化珪素焼結体の焼成方法によれば、炭化珪素の圧粉成形体の焼成時における炉内雰囲気を蒸発アルミニウムを含む雰囲気として加熱焼成させることによって、炭化珪素の圧粉成形体に均等に焼結助剤としてのアルミニウムを作用させて、均質かつ強度特性のバラツキを少なくし、もって、セラミ

ック材料もしくはセラミック部材として優れた信頼性を有する炭化珪素焼結体の焼成を可能とすることができる利点がある。

加えて、本発明の炭化珪素焼結体の焼成方法によれば、焼結助剤として実質的に作用させるアルミニウム量が少なくてすむことから、焼成された炭化珪素焼結体の高温特性並びに耐食性（耐酸化性）を向上させることができるばかりでなく、アルミニウム及びアルミニウム化合物の原料管理が容易となることから、炭化珪素焼結体の製造コストをも低減させることができる利点がある。

出願人 トヨタ自動車株式会社

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**